# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-271101

(43)Date of publication of application: 02.10.2001

(51)Int.Cl.

**B22F** 3/11 **B22F** 3/02 CO4B 38/06

C22C F16C 33/12 F16C 33/14

(21)Application number: 2000-084878

(71)Applicant: INJEX CORP

(22)Date of filing:

24.03.2000

(72)Inventor: HAYASHI JUNICHI

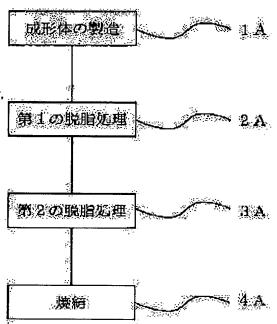
ITO MASAYUKI

## (54) METHOD FOR PRODUCING SINTERED BODY AND SINTERED BODY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a sintered body having a high porosity and high mechanical strength and high dimensional precision.

SOLUTION: This method for producing a sintered body consists of a stage in which a composition is formed from raw material powder, an organic binder and a gap forming material having a decomposition temperature higher than that of the organic binder. a primary degreasing stage in which the organic binder is removed to obtain the first degreased body, the secondary degreasing stage in which the gap forming material is removed to obtain the secondary degreased body and a stage in which the secondary degreased body is sintered to obtain a sintered body.



## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

20.03.2003

[Date of sending the examiner's decision of

rejection

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3861556

[Date of registration]

06.10.2006

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-271101 (P2001-271101A)

(43)公開日 平成13年10月2日(2001.10.2)

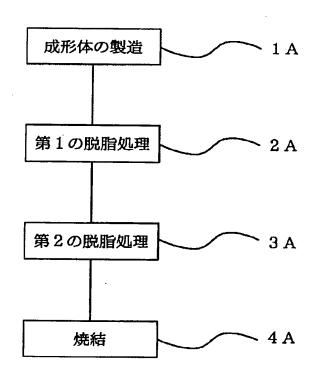
					,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	(200111012)
(51) Int.Cl.7		識別記号	ΡI			テーマコード(参考)
B 2 2 F	3/11		B 2 2 F	3/11	В	
	3/02			3/02	s	4K018
					M	
	3/10			3/10	С	
C 0 4 B	38/06		C04B	38/06	J	
		審査請求	未請求 請求	図の数12 O	L (全 8 頁	) 最終頁に続く
(21)出願番号		特願2000-84878(P2000-84878)	(71)出顧ノ	594017374		
				株式会社イ	ンジェックス	
(22)出顧日		平成12年3月24日(2000.3.24)	i		市湖岸通り17	丁目18番12号
			(72)発明者			• • • • • • •
			ļ <sub>.</sub>	長野県諏訪	市湖岸通り一	丁目18番12号 株
			1		ジェックス内	
•			(72)発明者	<b>・ 伊藤 雅之</b>	•	
				長野県諏訪	市湖岸通り一	<b>厂目18番12号</b> 株
				式会社イン	ジェックス内	
			(74)代理人	100095728		
				弁理士 上	柳 雅巻 り	\$1名)
		•	Fターム(i	参考) 3J01i ]	DAO2 LAO1 RAO	3 SB19
					BB04 CA08 CA3	
•						

### (54) 【発明の名称】 焼結体の製造方法および焼結体

#### (57)【要約】

【課題】 高空孔率、高機械的強度で、寸法精度の高い 焼結体を提供することにある。

【解決手段】 本発明の焼結体の製造方法は、原料粉末と、有機パインダーと、前記有機パインダーの分解開始温度より高い分解開始温度を有する空隙形成材とを含む組成物を用いて成形体を成形する工程と、前記有機パインダーを除去し、第1の脱脂体を得る第1の脱脂工程と、前記空隙形成材を除去し、第2の脱脂体を得る第2の脱脂工程と、前記第2の脱脂体を焼結して焼結体を得る工程とを有する。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 原料粉末と、有機パインダーと、前記有機パインダーの分解開始温度より高い分解開始温度を有する空隙形成材とを含む組成物を用いて成形体を成形する工程と、

1

前記有機パインダーを除去し、第1の脱脂体を得る第1 の脱脂工程と、

前記空隙形成材を除去し、第2の脱脂体を得る第2の脱脂工程と、

前記第2の脱脂体を焼結して焼結体を得る工程とを有す 10 ることを特徴とする焼結体の製造方法。

【 請求項2 】 前記組成物中における前記空隙形成材の 含有量は、1~20 wt%である請求項1 に記載の焼結体 の製造方法。

【請求項3】 前記組成物中における前記空隙形成材の 形状は、粒状である請求項1または2に記載の焼結体の 製造方法。

【請求項4】 前記組成物中における前記空隙形成材の 平均粒径は、50~150μmである請求項3に記載の 焼結体の製造方法。

【請求項5】 前記空隙形成材の分解開始温度は、350~850℃である請求項1ないし4のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【請求項6】 前記有機パインダーの分解開始温度をT、C、前記空隙形成材の分解開始温度をT、Cとしたと

き、0.2≦T₁/T₂≦0.8の関係を満足する請求項 1ないし5のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【請求項7】 前記原料粉末は、金属粉末である請求項 1ないし6のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【請求項8】 前記組成物中における前記金属粉末の含 30 有量は、50~96 wt%である請求項7 に記載の焼結体の製造方法。

【請求項9】 前記組成物中における前記金属粉末の平均粒径は、1~100μmである請求項7または8に記載の焼結体の製造方法。

【請求項10】 前記焼結体の製造は、射出成形により 行われる請求項1ないし9のいずれかに記載の焼結体の 製造方法。

【請求項11】 請求項1ないし10のいずれかに記載の焼結体の製造方法により製造されたことを特徴とする 40 焼結体。

【請求項12】 前記焼結体の空孔率は、10~50 vo 1%である請求項11に記載の焼結体。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、焼結体の製造方法 および焼結体に関するものである。

[0002]

【従来の技術】内部に比較的多くの空孔を有する多孔質 の焼結体を用いた製品として、例えば含油軸受けがあ る。

【0003】とのような焼結体の製造方法としては、圧 粉焼結法等が知られている。とのような空孔率の高い焼 結体を製造する場合、圧粉焼結法では、焼結温度を比較 的低温に設定し、焼結を中途で止めることにより行って いた。

【0004】しかし、このような方法では、焼結を中途で止めるため、焼結炉内部の位置における温度のバラツキ等の影響により、得られる焼結体の焼結密度のバラツキや寸法のバラツキが大きくなる。また、粉末間での拡散が十分に進行しないため、得られる焼結体の機械的強度は低かった。特に、肉厚差が大きい成形体の場合、得られる焼結体に変形が生じ易く、クラック等の焼結欠陥を生じ易かった。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、高空 孔率で、寸法精度が高く機械的強度も高い焼結体を得る ととができる焼結体の製造方法および焼結体を提供する ことにある。

20 [0006]

【課題を解決するための手段】とのような目的は、下記 (1)~(12)の本発明により達成される。

【0007】(1) 原料粉末と、有機パインダーと、前記有機パインダーの分解開始温度より高い分解開始温度を有する空隙形成材とを含む組成物を用いて成形体を成形する工程と、前記有機パインダーを除去し、第1の脱脂体を得る第1の脱脂工程と、前記空隙形成材を除去し、第2の脱脂体を得る第2の脱脂工程と、前記第2の脱脂体を焼結して焼結体を得る工程とを有することを特徴とする焼結体の製造方法。

【0008】(2) 前記組成物中における前記空隙形成材の含有量は、1~20wt%である上記(1) に記載の焼結体の製造方法。

【0009】(3) 前記組成物中における前記空隙形成材の形状は、粒状である上記(1)または(2)に記載の焼結体の製造方法。

【0010】(4) 前記組成物中における前記空隙形成材の平均粒径は、50~150μmである上記(3) に記載の焼結体の製造方法。

0 【0011】(5) 前記空隙形成材の分解開始温度は、350~650℃である上記(1)ないし(4)のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【0012】(6) 前記有機バインダーの分解開始温度を $T_1$ ℃、前記空隙形成材の分解開始温度を $T_1$ ℃としたとき、 $0.2 \le T_1/T_1 \le 0.8$ の関係を満足する上記(1)ないし(5)のいずれかに記載の焼結体の製造方法。

【0013】(7) 前記原料粉末は、金属粉末である 上記(1)ないし(6)のいずれかに記載の焼結体の製 50 造方法。

[0014](8)前記組成物中における前記金属粉 末の含有量は、50~96wt%である上記(7)に記載 の焼結体の製造方法。

【0015】(9) 前記組成物中における前記金属粉 末の平均粒径は、1~100 µmである上記(7)また は(8) に記載の焼結体の製造方法。

【0016】(10) 前記焼結体の製造は、射出成形 により行われる上記(1)ないし(9)のいずれかに記 載の焼結体の製造方法。

【0017】(11) 上記(1)ないし(10)のい 10 ずれかに記載の焼結体の製造方法により製造されたこと を特徴とする焼結体。

【0018】(12) 前記焼結体の空孔率は、10~ 50 vo1%である上記(11) に記載の焼結体。 [0019]

【発明の実施の形態】以下、本発明の焼結体の製造方法 について、詳細に説明する。

【0020】図1は、本発明の焼結体の製造方法の第1 実施形態を示す工程図、図2~図5は、それぞれ、各工 程における成形体等の断面構造(内部金属組織)を示す 20 模式図である。

【0021】以下、焼結体の製造方法の第1実施形態に ついて、各図を参照しつつ説明する。

【0022】[IA]成形体の製造

製造する焼結体に対応する形状の成形体を製造する。成 形体の製造方法は、特に限定されず、例えば、圧縮成形 (圧粉成形)、押出成形、射出成形等が挙げられるが、 特に、原料粉末が金属粉末である場合、金属射出成形 (MIM: MetalInjection Molding) 法が好ましい。

【0023】 このMIM法は、比較的小型のものや、複 30 雑で微細な形状の焼結体を製造することができ、用いる 金属粉末の特性を十分に生かすことができるという利点 を有するので、本発明を適用する上でその効果が有効に 発揮され、好ましい。以下、MIM法による組成物の調 製および成形体の製造について説明する。

【0024】まず、原料粉末である金属粉末と、有機バ インダーと、前記有機バインダーの分解開始温度より高 い分解開始温度を有する空隙形成材とを用意し、これら を混練機により混練し、混練物 (コンパウンド) を得 る。この組成物中では、金属粉末、空隙形成材が均一に 40 分散している。

【0025】金属粉末、有機パインダー、および空隙形 成材は、互いに化学反応しないものであるのが好まし 61

【0026】金属粉末を構成する金属材料(以下単に 「金属材料」と言う)としては、特に限定されず、例え ぱ、Fe、Ni、Co、Cr、Mn、Zn、Pt、A u, Ag, Cu, Pd, Al, W, Ti, V, Mo, N b、Zr等のうちの少なくとも1種、あるいはこれらの うちの少なくとも1種を含む(主とする)合金が挙げら 50 【0034】このような有機バインダーとしては、例え

れる。

【0027】また、組成の異なる2種類以上の金属粉末 を混合して用いてもよい。これにより、従来、鋳造で は、製造できなかった合金組成のものも可能となる。ま た、新規的な機能や多機能を有する焼結体が容易に製造 でき、焼結体の機能・用途の拡大を図ることができる。 【0028】また、金属粉末の平均粒径は、特に限定さ れないが、 $1\sim100\mu m$ であるのが好ましく、 $3\sim8$ 0 μmであるのがより好ましく、3~50μmであるの がさらに好ましい。平均粒径が上限値を超えると、混練 時、射出成形時における混練物の流動性が低くなり、操 作性が低下する場合がある。一方、平均粒径が下限値未 満であると、混練物の流動性を確保するのに必要な有機 バインダーの量が増え、脱脂、焼結時に変形し易く寸法 安定性が低下する可能性がある。また、粉末の活性が高 くなるため、発火等の危険性が高くなる場合もある。

【0029】また、金属粉末の含有量は、混練物全体の 50~96wt%であるのが好ましく、53~94wt%で あるのがより好ましい。含有量が上限値を超えると、有 機バインダーと空隙形成材の配合比等によっては、湿練 物の流動性が低下したり、得られる焼結体の空孔率が低 下する場合がある。一方、含有量が下限値未満である と、得られる焼結体の機械的強度、寸法安定性が低下す る可能性がある。

【0030】なお、金属粉末の製造方法は、特に限定さ れず、例えば、水またはガスアトマイズ法、還元法、カ ルボニル法、粉砕法により製造されたものを用いること ができるが、アトマイズ法が好ましい。

【0031】との原料粉末は、金属粉末の他、セラミッ クス粉末等であってもよい。セラミックス粉末を構成す るセラミックス材料(以下単に「セラミックス材料」と 言う)としては、特に限定されず、例えば、アルミナ、 ジルコニア、窒化ケイ素、炭化ケイ素、窒化アルミニウ ム、チタニア等が挙げられる。

【0032】また、セラミックス粉末の平均粒径、含有 **量は、特に限定されず、例えば、平均粒径は0.1~5** μm、含有量は、50~85wt%とすることができる。 【0033】有機バインダーは、後述する空隙形成材よ り低い分解開始温度を有している。有機バインダーの分 解開始温度は、空隙形成材の分解開始温度等によって異 なるが、100~500℃であるのが好ましく、120 ~450°Cであるのがより好ましく、150~400°C であるのがさらに好ましい。分解開始温度が下限値未満 であると、混練時あるいは射出成形時に有機パインダー の一部が分解する場合があり、成形安定性が低下する可 能性がある。一方、分解開始温度が上限値を超えると、 空隙形成材の分解開始温度等によっては、後述する第1 の脱脂処理において除去される空隙形成材が増え、得ら れる焼結体の空孔率が低下する可能性がある。

ば、ボリエチレン、ボリプロビレン、エチレンー酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、ボリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート等のアクリル系樹脂、ポリスチレン等のスチレン系樹脂、ポリ塩化ビニル、ボリ塩化ビニリデン、ポリアミド、ボリエステル、ポリエーテル、ポリビニルアルコール、またはこれらの共重合体等の各種樹脂や、各種ワックス、パラフィン、高級脂肪酸(例:ステアリン酸)、高級アルコール、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド等が挙げられ、これらのうち1種または2種以上を混合して用いることが 10できる。

【0035】また、有機バインダーの含有量は、混練物全体の3~30 wt%であるのが好ましく、5~25 wt% であるのがより好ましい。含有量が下限値未満であると、混練時、射出成形時における混練物の流動性が低くなり、操作性が低下する場合がある。一方、含有量が上限値を超えると、得られる焼結体の機械的強度、寸法安定性が低下する可能性がある。

【0036】空隙形成材は、有機バインダーの分解開始 温度より高い分解開始温度を有している。また、それに 20 応じて、空隙形成材の軟化点は、有機バインダーの軟化 点より高い。

【0037】そのため、空隙形成材は、後述する混練時において軟化せず、第1の脱脂処理においてほとんど除去されない。

【0038】空隙形成材の軟化点は、有機バインダーの 軟化点等によって異なるが、150~340℃であるの が好ましく、180~320℃であるのがより好まし く、200~300℃であるのがさらに好ましい。軟化 点が下限値未満であると、有機バインダーの軟化点によ っては、混練時、射出成形時において、空隙形成材が軟 化する可能性がある。一方、軟化点が上限値を超える と、分解開始温度も相当に高くなり、後述する第2の脱 脂処理に要するエネルギーが大きくなる場合がある。ま た、焼結体中の炭化物の増加や残留炭素量の増加を起こ し、焼結体の機械的特性の低下や焼結体の部分的な溶解 を起こす可能性がある。

【0039】また、空隙形成材の分解開始温度は、有機パインダーの分解開始温度等によって異なるが、350~650℃であるのが好ましく、380~630℃であ 40るのがより好ましく、400~600℃であるのがさらに好ましい。分解開始温度が下限値未満であると、有機パインダーの分解開始温度等によっては、後述する第1の脱脂処理において除去される空隙形成材の割合が大きくなる可能性がある。一方、分解開始温度が上限値を超えると、後述する第2の脱脂処理に要するエネルギーが大きくなる場合がある。また、焼結体中の炭化物の増加や残留炭素量の増加を起とし、焼結体の機械的特性の低下や焼結体の部分的な溶解を起こす可能性がある。

【0040】このような空隙形成材としては、例えば、

ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート等のアクリル系樹脂、ポリフェニレンスルフィド、ポリイミド、ポリカーボネート、ポリアセタール、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルエーテルケトン、液晶ポリマー等の各種樹脂が挙げられ、これらのうち1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0041】また、有機パインダーの分解開始温度をT、℃、空隙形成材の分解開始温度をT、℃としたとき、下記式(I)を満足するのが好ましい。

0.2≦T, /T, ≤0.8・・・(I)
また、式(I) に代わり、式(II) を満足するのがより
好ましく、式(III) を満足するのがさらに好ましい。
0.25≦T, /T, ≤0.75・・・(II)

0.  $3 \le T_1 / T_1 \le 0.7 \cdot \cdot \cdot \cdot \text{(III)}$ 

T./T.の値が前記式中の上限値を超えると、後述する第1の脱脂過程において除去される空隙形成材の割合が多くなる場合がある。一方、T./T.の値が前記式中の下限値未満であると、有機バインダーと空隙形成材の組み合わせによって、混練時あるいは射出成形時に有機バインダーの一部が分解したり、あるいは、後述する第2の脱脂処理に要するエネルギーが大きくなる場合がある。

【0042】空隙形成材の含有量は、混練物全体の1~20wt%であるのが好ましく、2~18wt%であるのがより好ましい。含有量が下限値未満であると、得られる焼結体の空孔率が低下する場合がある。一方、含有量が上限値を超えると、得られる焼結体の機械的強度が低下する場合がある。

【0043】空隙形成材の形状は、特に限定されないが、例えば、棒状、繊維状、粒状等が挙げられ、粒状であるのが好ましい。

【0044】空隙形成材の形状が粒状であるとき、その 平均粒径は、 $50\sim150\,\mu\mathrm{m}$ であるのが好ましく、 $50\sim100\,\mu\mathrm{m}$ であるのがより好ましい。平均粒径が下 限値未満であると、空隙形成材の含有量によっては、空 孔率が低下する場合がある。一方、平均粒径が上限値を 超えると、得られる焼結体の大きさによっては、機械的 強度が低下する場合がある。

【0045】また、さらに可塑剤が添加されていてもよい。この可塑剤としては、例えば、フタル酸エステル(例:DOP、DEP、DBP)、アジピン酸エステル、トリメリット酸エステル、セバシン酸エステル等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0046】また、混練物中には、前記金属粉末、有機 バインダー、空隙形成材、可塑剤の他に、例えば、酸化 防止剤、脱脂促進剤、界面活性剤等の各種添加物を必要 50 に応じ添加することができる。

【0047】混練条件は、用いる金属粉末の金属組成や 粒径、有機バインダーの組成、空隙形成材の組成や形 状、およびこれらの配合量等の諸条件により異なるが、 その一例を挙げれば、混練温度:50~250℃程度、 混練時間:20~210分程度とすることができる。混 練物は、必要に応じ、ペレット (小塊) 化される。ペレ ットの粒径は、例えば、1~15mm程度とされる。

【0048】次に、前記で得られた混練物または該混練 物より造粒されたペレットを用いて、射出成形機により 射出成形し、所望の形状、寸法の成形体を製造する。と の場合、成形金型の選択により、複雑で微細な形状の成 形体をも容易に製造することができる。

【0049】なお、製造される成形体の形状寸法は、以 後の脱脂および焼結による成形体の収縮分を見込んで決

【0050】射出成形の成形条件としては、用いる金属 粉末の金属組成や粒径、有機バインダーの組成、空隙形 成材の組成およびこれらの配合量等の諸条件により異な るが、その一例を挙げれば、材料温度は、好ましくは1 00~300℃程度、射出圧力は、好ましくは30~1 50kgf/cm<sup>2</sup>程度とされる。

【0051】このようにして得られた成形体の断面構造 は、図2に示すように、有機パインダー10中に、金属 粉末20、空隙形成材30がほぼ均一に分散した状態と

【0052】[2A]第1の脱脂処理

前記工程[1A]で得られた成形体1に対し、分解開始 温度の低い有機パインダー10についての脱脂処理を施 す。

【0053】この第1の脱脂処理としては、特に限定さ れないが、非酸化性雰囲気、例えば真空または減圧状態 下(例えば1×10-1~1×10-6 Torr )、あるいは 窒素ガス、アルゴンガス等の不活性ガス中で、熱処理を 行うことによりなされる。

【0054】この場合、第1の脱脂処理の条件として は、有機バインダー10の分解開始温度や、空隙形成材 30の分解開始温度等によって異なるが、好ましくは温 度150~550℃程度で0.5~36時間程度、より 好ましくは温度250~520℃程度で1~24時間程 度とされる。このようにして得られた第1の脱脂体の断 40 面構造を図3に示した。

【0055】図3に示したように、有機バインダー10 が存在していた部分が空隙40となる。また、空隙形成 材30は、残存している。

【0056】また、この第1の脱脂処理中に空隙形成材 30が軟化したり、その一部が除去されてもよく、また 第1の脱脂処理の完了時点で、有機バインダー10の一 部が残存していてもよい。

【0057】[3A]第2の脱脂処理

た第1の脱脂体2に対して、分解開始温度の高い空隙形 成材30を除去する目的で、第2の脱脂処理を施す。

【0058】この第2の脱脂処理としては、特に限定さ れないが、非酸化性雰囲気、例えば真空または減圧状態 下(例えば1×10<sup>-1</sup>~1×10<sup>-6</sup>Torr)、あるいは 窒素ガス、アルゴンガス等の不活性ガス中で、熱処理を 行うことによりなされる。

【0059】との場合、第2の脱脂処理は、前述の第1 の脱脂処理より、高温、長時間の熱処理であることが好 ましい。その熱処理の温度、時間の条件は、空隙形成材 30の分解開始温度等によって異なるが、好ましくは温 度350~800℃程度で1~48時間程度、より好ま しくは温度400~750℃程度で2~36時間程度と

【0060】とのようにして得られた第2の脱脂体の断 面構造を図4に示した。

【0061】図4に示したように、第1の脱脂体での空 隙40部分にて金属粉末20が凝集するとともに、空隙 形成材30が熱分解で除去され、それが存在していた部 分が空隙50となる。また、空隙50は、空隙40に比 べて大きい。

【0062】なお、前述の第1の脱脂処理と第2の脱脂 処理については、脱脂炉内の温度を連続的に変化させて 行う等、連続して行ってもよい。

【0063】[4A]成形体の焼結

以上のようにして得られた第2の脱脂体3を焼結炉で焼 成して焼結し、焼結体を製造する。この焼結により、金 属粉末20は、拡散、粒成長し、結晶粒となる。

【0064】焼結における焼結温度は、例えば、金属組 成がNiまたはNi系合金の場合、好ましくは950~ 1500℃程度、より好ましくは1000~1450℃ 程度とされ、FeまたはFe系合金の場合、好ましくは 1000~1500℃程度、より好ましくは1050~ 1450 C程度とされ、TiまたはTi系合金の場合、 好ましくは950~1500℃程度、より好ましくは1 000~1450℃程度とされる。

【0065】焼結時間は、前述したような焼結温度の場 合、好ましくは0.5~8時間程度、より好ましくは1 ~5時間程度とされる。

【0066】また、焼結雰囲気は、特に限定されないが 減圧(真空)下または非酸化性雰囲気とされるのが好ま しい。これにより、金属の酸化による特性劣化を防ぐと とができる。

【0067】好ましい焼結雰囲気としては、1Torr以下 (より好ましくは1×10<sup>-1</sup>~1×10<sup>-1</sup>Torr) の減圧 · (真空) 下、または 1 ~ 7 6 0 Torrの窒素ガス、アルゴ ンガス等の不活性ガス雰囲気、または1~760 Torrの 水素ガス雰囲気であるのが好ましい。

【0068】なお、焼結雰囲気は、焼結の途中で変化し 前記工程[2A]で得られた有機パインダーの除去され 50 てもよい。例えば、最初に1×10゚゚~1×10゚゚Torr

10

の減圧(真空)下とし、途中で前記のような不活性ガス に切り替えるととができる。

【0069】得られる焼結体の機械的強度は、得られる焼結体の使用用途等により、特に限定されないが、JIS Z 2241に準じて測定される引張強さで、例えば、金属組成がNiまたはNi系合金の場合、好ましくは22~46kg/mm²、より好ましくは27~46kg/mm²とされ、FeまたはFe系合金の場合、好ましくは15~84kg/mm²、より好ましくは21~84kg/mm²とされ、TiまたはTi系合金の場合、好ましくは30~63kg/mm²、より好ましくは42~63kg/mm²とされる。

【0070】得られる焼結体の空孔率は、特に限定されないが、10~50 vol%であるのが好ましく、12~45 vol%であるのがより好ましく、15~40 vol%であるのがさらに好ましい。空孔率が下限値未満であると、例えば、得られる焼結体を含油軸受けとした場合、油の保持力が低下する。一方、空孔率が上限値を超えると、機械的強度が低下する場合がある。

【0071】とのような空孔率を有する焼結体は、例え 20 ぱ、エンジンのシリンダー、含油軸受け、フィルター、 多孔質セラミックスのような触媒担体等に利用することができる。また、高い空孔率、機械的強度を有することから、製品の軽量化にも利用することができる。

【0072】また、焼結は、2段階またはそれ以上で行ってもよい。例えば、焼結条件の異なる1次焼結と2次焼結を行うことができる。この場合、2次焼結の焼結温度を、1次焼結の焼結温度より高い温度とすることができる。

【0073】とのようにして得られた焼結体の断面構造 30 を図5に示した。図5に示したように、第2の脱脂体3 で大きな空隙50だった部分がそのまま空孔70となり、かつ隣り合う金属粉末20間で、拡散が進行し、強固な結合が形成される。

【0074】このような空孔70は、連続しているもの(連続孔)でも、独立しているもの(独立孔)でもよいが、例えば、エンジンのシリンダー、含油軸受け、フィルターのような、用途上流体の通過を伴うものの場合は、連続孔であるのが好ましい。また、単に軽量化を目的とする場合などには、独立孔であってもよい。

【0075】なお、本発明においては、任意の目的で、工程[1A]の前工程、工程[1A]~[4A]の間に存在する中間工程、または工程[4A]の後工程が存在していてもよい。なお、後工程として、例えば、バリ取り、洗浄等を行ってもよい。

【0076】また、得られた焼結体4の表面全体に金メッキ、クロムメッキ、バラジウムメッキのような金属メッキ等の湿式メッキや、イオンプレーティング、スパッタリング、真空蒸着等の乾式メッキや、窒化処理のような表面硬化処理等の表面処理を加えてもよい。これによ

り、耐食性の向上等を図ることができる。

[0077]

(6)

40

【実施例】次に、本発明の焼結体の製造方法の具体的実施例について説明する。

【0078】 (実施例1) 原料粉末 (金属粉末) として、ガスアトマイズ法により製造された平均粒径 $10\,\mu$  mのステンレス鋼 (SUS316/組成: Fe-18wt%Cr-12wt%Ni-2.5wt%Mo合金) 粉末を用いた。

【0079】空隙形成材として、ペレット状のポリブチレンテレフタレートを粉砕、分級して平均粒径80μmのものを用いた。

【0080】この金属粉末:87wt%と、空隙形成材:4wt%に、ポリスチレン(PS):2.4wt%、エチレンー酢酸ピニル共重合体(EVA):2.7wt%およびパラフィンワックス:2.5wt%から構成される有機パインダーと、ジブチルフタレート(可塑剤):1.4wt%とを混合し、これらを混練機にて100℃×1時間の条件で混練した。

【0081】次に、この混練物を粉砕、分級して平均粒径3mmのペレットとし、該ペレットを用い、射出形成機にて金属粉末射出成形(MIM)し、成形体(200個)を製造した。このとき成形体は、第1の脱脂処理、第2の脱脂処理、焼結時での収縮を考慮して、焼結体の寸法が平行部の幅10mm、平行部の長さ40mm、厚さ3mmの引張試験片形状となるように成形した。射出成形時における成形条件は、金型温度20℃、射出圧力80kgf/cm²であった。なお、成形体中における金属粉末の含有量は、約86.8wt%であった。

① 【0082】次に、この成形体に対し、脱脂炉を用いて 第1の脱脂処理を行った。脱脂条件は、760Torr(常 圧)の窒素雰囲気下で、450℃×1時間保持した。

【0083】さらに、との第1の脱脂体に対し、脱脂炉を用いて第2の脱脂処理を行った。脱脂条件は、760 Torr(常圧)の窒素雰囲気下で、580℃×3時間保持した。

【0084】次に、この第2の脱脂体に対し、焼結炉を用いて焼結を行い、焼結体を得た。焼結条件は、760 Torr (常圧) のアルゴンガス雰囲気中で1350℃×3時間とした。

【0085】(比較例1)金属粉末、有機バインダーおよび可塑剤は、実施例1と同一のものを用いた。これらの混合比は、金属粉末:91.7 wt%、ポリスチレン(PS):2.1 wt%、エチレン一酢酸ピニル共重合体(EVA):2.5 wt%およびバラフィンワックス:2.3 wt%から構成される有機バインダーと、シブチルフタレート(可塑剤):1.4 wt%とを混合し、これらを混練機にて100 C×1時間の条件で混練した。なお、空隙形成材は、用いなかった。

な表面硬化処理等の表面処理を加えてもよい。これによ 50 【0086】次に、この混練物を粉砕、分級して平均粒

径3mmのペレットとし、該ペレットを用い、射出形成 機にて金属粉末射出成形(MIM)し、成形体(200 個)を製造した。このとき成形体は、脱脂処理、焼結時 での収縮を考慮して、焼結体の寸法が平行部の幅10m m、平行部の長さ40mm、厚さ3mmの引張試験片形 状となるように成形した。射出成形時における成形条件 は、金型温度20℃、射出圧力80kgf/cm'であ った。なお、成形体中における金属粉末の含有量は、約 91.6wt%であった。

11

【0087】次に、この成形体に対し、脱脂炉を用いて 10 た。 脱脂処理を行った。脱脂条件は、760Torr (常圧) の 窒素雰囲気下で、450℃×1時間保持した。

【0088】次に、この脱脂体に対し、焼結炉を用いて 焼結を行い、焼結体を得た。焼結条件は、760 Torr (常圧)のアルゴンガス雰囲気中で1350°C×3時間 とした。

【0089】(比較例2)金属粉末として、ガスアトマ イズ法により製造された平均粒径 150 mmのステンレ ス鋼(SUS316/組成:Fe-18wt%Cr-12 wt%Ni-2.5wt%Mo合金) 粉末を用いた。

【0090】この金属粉末:98.5wt%に、流動バラ フィン: 1. 5 wt%を有機パインダーとして添加し、と れらを混合機にて50℃×30分の条件で混合した。

【0091】Cの混練物を10ton/cm'で成形 し、成形体(200個)を得た。このとき成形体は、焼 結時での収縮を考慮して、焼結体の寸法が平行部の幅1\* \* 0mm、平行部の長さ40mm、厚さ3mmの引張試験 片形状となるように成形した。

【0092】つぎに、この焼結体に対し、焼結炉を用い て焼結を行い、焼結体を得た。なお、焼結温度と焼結時 間を制御することにより、焼結を中途で止めた。これに より高空孔率を得ようとした。焼結条件は、20Torrの 水素雰囲気中、1050℃×2時間とした。

【0093】(比較例3) 1150℃×2時間の条件で 焼結した以外は、比較例2と同様にして焼結体を作製し

【0094】以上のようにして得られた焼結体につい て、空孔率、機械的強度および寸法精度の測定を行っ

【0095】空孔率の測定は、JIS Z 2505に 準じて焼結密度を測定し、理論密度との比から空孔率を 計算した。

【0096】また、機械的強度の評価として、引張強さ の測定を行った。との引張強さの測定は、JIS Z 2241に準じて行った。

【0097】寸法精度は、それぞれ200個の焼結体の 平行部幅(平均値)および厚さ(平均値)の寸法を測定 し、設計値からの誤差を求めることにより行った。

【0098】とれらの結果を表1に示した。

[0099]

【表1】

	空孔率	引張強さ	寸法精度 (mm)		
	(%lor)	(kg/mm <sup>2</sup> )	平行部幅	平行部厚さ	
実施例1	3 3	4 0	10±0.07	3±0.04	
比較例1	3	5 3	10±0.05	3±0.03	
比較例2	18	2 2	10±1.0	3±0.3	
比較例3	1 5	2 5	10±0.9	3±0.3	

【0100】表1から明らかなように、本発明の焼結体 の製造方法を用いて得られた焼結体1は、高い空孔率、 機械的強度および寸法精度を有している。

【0101】とれに対し、比較例1で得られた焼結体 は、機械的強度は大きいが、空孔率は、非常に低いもの 40 となっている。

【0102】また、比較例2で得られた焼結体は、空孔 率は比較的高いが、機械的強度は、非常に小さいものと なっている。

[0103]

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、髙 空孔率、高機械的強度で、寸法精度の高い焼結体を製造 することができる。また、高い空孔率を有するため、製 造物の軽量化を図ることができる。

【0104】また、用いる金属粉末の種類を適宜選択す 50 【図4】第2の脱脂後の成形体(第2の脱脂体)の断面

ることにより、従来加工が困難とされた硬質材料や比較 的高融点の材料に対しても、金属焼結体の用途、機能の 拡大が図れる。

【0105】とのような焼結体は、例えば、エンジンの シリンダー、含油軸受け、フィルター、多孔質セラミッ クスのような触媒担体等の製造に適用する場合、上記効 果が特に有効に発揮される。

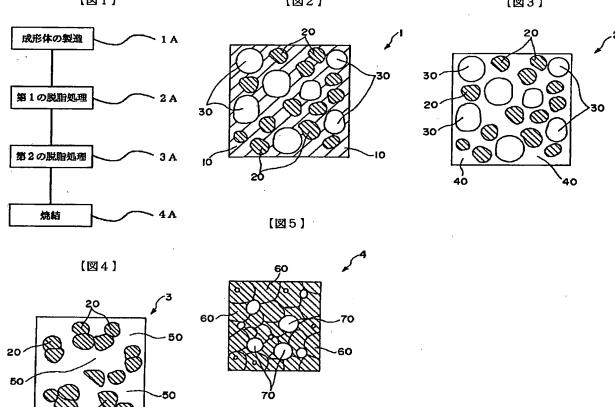
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の金属焼結体の製造方法による第1実施 形態を示す工程図である。

【図2】成形体製造時における成形体の断面構造(内部 金属組織)を示す模式図である。

【図3】第1の脱脂後の成形体(第1の脱脂体)の断面 構造(内部金属組織)を示す模式図である。

(8) 特開2001-271101 13 構造(内部金属組織)を示す模式図である。 \*10 有機パインダー 【図5】焼結体の断面構造(内部金属組織)を示す模式 20 原料粉末 (金属粉末) 図である。 30 空隙形成材 【符号の説明】 40 空隙 1 成形体 50 空隙 2 第1の脱脂体 60 結晶粒 3 第2の脱脂体 70 空孔 4 焼結体  $1A\sim4A$ 工程 【図1】 【図2】 【図3】



フロ	1ン	トページの続き	
----	----	---------	--

(51)Int.Cl.'		識別記号	FΙ		テーマコード(参考)
C 2 2 C	1/08		C 2 2 C	1/08	F
F 16C	33/12		F 16C	33/12	Α
	33/14			33/14	Α